

PUBLICATION NUMBER : 62133425
PUBLICATION DATE : 16-06-87

APPLICATION DATE : 06-12-85
APPLICATION NUMBER : 60273333

APPLICANT : SUMITOMO BAKELITE CO LTD;

INVENTOR : MORISHITA KOJI;

INT.CL. : G02F 1/133 C08G 59/66 C08L 63/00

TITLE : COMPOSITION OF SEALING MATERIAL FOR LIQUID CRYSTAL CELL

ABSTRACT : PURPOSE: To satisfy completely several conditions required for screen-printing a sealing material on a substrate surface, and for heat-curing after lamination by constituting a compsn. of the sealing material for a liquid crystal cell of liquid epoxy resin contg. phosphoric ester groups in the skeletal structure of the epoxy resin, usual liquid epoxy resin, a polythiol compd., a curing accelerator, and an inorg. filler.

CONSTITUTION: The compsn. consists of a liquid epoxy resin, liquid epoxy compd. contg. phosphoric ester, a polythiol compd., a curing accelerator, and an inorg. filler. The epoxy resin in the sealing material compsn. is necessary to be a mixture of a liquid epoxy resin contg. phosphoric ester group in combination with a liquid epoxy resin. The phosphoric ester group contained in the epoxy resin contributes to increase adhesive strength of the sealing material to an ITO electrode, so the stability of the adhesive property of the sealing layer is improved remarkably. Any polythiol compd. contg. ≥ 2 -SH groups having sufficient compatibility to epoxy resin may be useful. When this compd. is used for a curing agent, satisfactory light resistance is realized due to the oxidation preventing effect of the -SH group. Furthermore, low temp. curing property, and flexibility are improved characteristically.

COPYRIGHT: (C)1987,JPO&Japio

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-133425

⑤ Int.Cl.⁴

G 02 F 1/133
C 08 G 59/66
C 08 L 63/00

識別記号

3 2 1
N J K
N J W

庁内整理番号

8205-2H
6561-4J
6561-4J

⑬ 公開 昭和62年(1987)6月16日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑭ 発明の名称 液晶セル用シール剤組成物

⑯ 特 願 昭60-273333

⑰ 出 願 昭60(1985)12月6日

⑱ 発 明 者 鈴木 節 夫 東京都千代田区内幸町1丁目2番2号 住友ベークライト株式会社内
⑲ 発 明 者 森 下 浩 二 東京都千代田区内幸町1丁目2番2号 住友ベークライト株式会社内
⑳ 出 願 人 住友ベークライト株式会社 東京都千代田区内幸町1丁目2番2号

明 細 書

1. 発明の名称

液晶セル用シール剤組成物

2. 特許請求の範囲

(1) 対向したインジウム-錫酸化物薄膜電極を具備する2枚の配向膜付き基板の4周をシールして一定のキャビティを形成して、該キャビティ内に液晶セルを封入する液晶セルの製造に用いられるシール剤であってその組成がエポキシ樹脂骨格中に燐酸エステル基が含まれている液状エポキシ樹脂、通常の液状エポキシ樹脂、ポリチオール系化合物、硬化促進剤、無機充填剤、から成ることを特徴とする液晶セル用シール剤

(2) 硬化促進剤が2エチル-4メチルイミダゾールとトリフェニルフォスファイトの組合せである特許請求の範囲第1項記載の液晶セル用シール剤組成物

(3) 硬化促進剤が2,4,6トリ(デメチルアミノメチル)フェノールと分子内にエチレン性2重結

合を有し且つ-COOH基を有している化合物との塩である特許請求の範囲第1項記載の液晶セル用シール剤組成物

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は表示体に用いられる液晶セル製造に際して用いられるシール剤組成物に関するものであり、更に詳しくはその組成物が液状エポキシ樹脂、燐酸エステル含有エポキシ液状物、ポリチオール系化合物、硬化促進剤、無機充填剤から成るシール剤組成物に係るものである。

(従来技術)

従来液晶セルは対向する電極を有する2枚の配向膜付き基板により形成されるキャビティ(キャビティ厚5~10μm)の4周は液晶注入孔を設けてシールし、該キャビティ内に液晶を封入し、次いで封入口を紫外線硬化樹脂で封じて得られるのが一般的であり、配向膜付き電極基板としてはガラス若しくはプラスチックフィルムが用いられている。

一方近年に到液晶セルの薄型化が、液晶表示体の軽薄化、大型化に伴なり視野角の増大という動向から、強く望まれ、ガラス基板厚み減少化、又はプラスチックフィルム基板の採用という動きが急である。

この様な状況においてシール層に係る要求も様相を異にして来ており、これに対する対応が強く望まれる様になりつつある。

即ち、具体的には、以下のことが要求されてきている。

1. 液晶セルの大型化に伴ないセル面積に占めるシール層の面積の割合が極端に小さくなり基板とシール層の密着強度を極度に上げる必要がある。
（インジウム-亜鉛酸化物に代りITOという）
 即ちITO膜面、基板面と強固な密着性を有するシール層が形成されなければならない。

2. 基板厚みの減少、プラスチックフィルム基板の採用のため、製造工程、液晶セルの使用環境の変化等からシール層に適度の可撓性を付与する必要がある。

3. 量産化および作業性の観点からポットライフ

を含有するエポキシ樹脂の併用が優れた改良効果の有ることを見出し本願発明に到達した。

（発明の構成）

本発明によるシール剤組成物中のエポキシ樹脂は液状エポキシ樹脂と磷酸エステルを含有する液状エポキシ樹脂の併用が必須である。

即ちエポキシ樹脂中に含有される磷酸エステル基は強度のITO電極との密着性に寄与するためシール層の密着安定性が著るしく向上する。一方磷酸基含有エポキシ樹脂のみでは粘度が増大し印刷性に劣るという欠点が生じてしまう。

また本発明においてポリチオール化合物としてはエポキシ樹脂と相溶性の良好な2個以上の-SH基を含有する化合物はすべて使用可能であり、硬化剤として該化合物を用いると-SH基の酸化防止能に寄因して良好な耐光性が得られ、更に低温硬化性、可撓性といった特徴が発現する。具体的には以下の如き化合物が単独もしくは併用して用いられ、エポキシ基1molに対して-SH基1molの配合割合が一般的である。即ち2,2'-ジメチルメ

を有し低温速硬化可能なシール剤が必要である。

4. キャビティ形成後液晶を封入する為液晶に関して不活性なシール剤であることが必須である。

5. 透過型液晶表示体が主流となるためシール剤はバックライトに耐える高度の耐光性、耐熱性が要求される。

6. 液晶セル面積の有効利用のため狭い縦巾のシール層であることが必要となり、シャープな直線性を有するシール層であること。

これらの可酷な要求に対して従来用いられて来たエポキシ〜ポリアミン、エポキシ〜ポリアミド系のシール剤では満足することが出来なかった。
 （発明の目的）

本願発明者らはこれらの諸要求を満足することの出来るシール剤を得んとして鋭意研究を行ない、ポリチオール〜エポキシ樹脂系の組成物の優れていることを見出し先に出願した。然しながらITO膜面が親水性表面のため通常のエポキシ系では密着性という点で若干難点がある為鋭意この点についての改良検討を行ない、磷酸エステル基

ルカプトジエチルエーテル、ペンタエリスリトールβ-チオグリコレート、グリセリンβ-チオグリコレート、ソルビトールβ-チオグリコレート、トリスヒドロキシエチル（β-チオグリコール）イソシアヌレート、トリスヒドロキシエチル（メルカプトプロピル）イソシアヌレート、等である。次いで本願発明で用いられる硬化促進剤としては酸無水物系エポキシ樹脂の硬化に際して用いられる促進剤はすべて使用出来るが特に2エチル-4-メチルイミダゾール等のイミダゾール系化合物（以下2E4MZという）2,4,6トリ（ジメチルアミノメチル）フェノール（以下TAPという）等のアミン化合物が好ましい。

また2液（エポキシ樹脂およびポリチオール）混合後のポットライフと硬化速度の向上との両立化のため上記化合物の塩が潜伏性促進剤として好ましく、特に2E4MZとトリフェニルフォスファイトの塩、およびTAPとカルボキシル基を有するエチレン性2重結合を有する化合物の塩が好ましい。これら促進剤は室温で安定なため安定なポットラ

フがあるにも係らず80℃以上の温度で急激に解離し速硬化性を示す。

また印刷性、印刷時のにじみ防止という観点から無機フィラーの配合は不可欠であり、特にチタン白の添加は印刷時の直線性のチェックが出来るという点で特に好ましい。またチタン白は紫外光吸収性を有しているために透過型液晶デバイス等を得るに際してのバックライト光に耐する極度の耐光性が発現するという点からも好ましい。

(発明の効果)

得られた配合組成物は基板面上にスクリーン印刷され次いで貼り合せ後加熱硬化せしめられる前記諸要件を完全にクリアする優れた硬化シール層を形成することが出来る優れた組成物である。

以下に実施例を示す。

実施例 1

溶融押し出し法により得られた非発光性ポリエーテルサルホンフィルム上にスパッタ法によりインジウム〜錫酸化薄膜を形成した、(シート抵抗380Ω/□)次いで該薄膜を通常のエッチン

グ法を用いて電極および端部から成る回路を形成した後回路面上をイミド系樹脂により配向膜処理を施した。

次いで該回路板上に3本インクロールで混練された以下の配合の主剤・硬化剤を配合した配合物をスクリーン印刷により液晶注入口を残して印刷した。印刷巾は0.5mmであり印刷厚みは20μmであった。

主剤配合組成

リン酸エステル基含有エポキシ樹脂 (旭電化物製EPX-49-10)	67.5	重量部
ビスフェノール型エポキシ樹脂 (三井石油化学物製R-140)	22.5	"
ポリエチレングリコールジエポキシ樹脂 (共栄社油化化工物製400E)	23	"
微粉末シリカ	9	"
チタンホワイト(ルチル型)	10	"

硬化剤配合組成

トリスヒドロキシエチルイソシアヌレート マーキャプトプロピオネート	88	重量部
--------------------------------------	----	-----

TAP	0.8	重量部
東亜合成物製アロニックスM-5400	44	"
微粉末シリカ	7	"
ルチル型チタンホワイト	91.3	"

主剤/硬化剤配合比 = 100 / 95

次いで上部回路板(PES/ITO回路板)を10μmのギャップ剤を介して重ね合せ押圧して120℃2hrs加熱硬化させた。

硬化物のシール巾は1mmであり電極間厚みは6~7μmであった。

次いで真空下で上記貼せ物のキャビティ内に注入口から液晶を注入し、注入口をUV硬化樹脂で封じた。得られた液晶セルは強固に完全にシールされており、可撓性を有する上に耐湿熱信頼性に優れた表示体として有用な液晶セルであった。

特許出願人

住友ベークライト株式会社